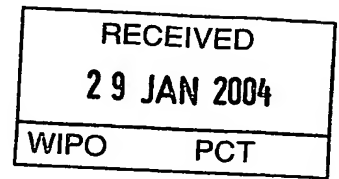


Rec'd PCT/PTO 25 MAR 2005
PCT AT 03 / 00292

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT
A-1200 Wien, Dresdner Straße 87

Kanzleigebühr € 10,00
Schriftengebühr € 52,00



Aktenzeichen **A 1480/2002**

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

Miba Sintermetall Aktiengesellschaft
in A-4663 Laakirchen, Dr.-Mitterbauer-Straße 3
(Oberösterreich),

am **1. Oktober 2002** eine Patentanmeldung betreffend

"Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sintermetall",

überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung samt Zeichnung mit der ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten Beschreibung samt Zeichnung übereinstimmt.

Österreichisches Patentamt
Wien, am 13. November 2003

Der Präsident:

i. A.



**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

HRNCIR
Fachoberinspektor



BEST AVAILABLE COPY

| | |
|------|--|
| (73) | Patentinhaber: <i>Miba Sintermetall Aktiengesellschaft Vorchdorf (AT)</i> |
| (54) | Titel: <i>Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sintermetall</i> |
| (61) | Zusatz zu Patent Nr. |
| (66) | Umwandlung von <i>GM</i> / |
| (62) | gesonderte Anmeldung aus (Teilung): <i>A</i> |
| (30) | Priorität(en): |
| (72) | Erfinder: |

(22) (21) Anmeldetag, Aktenzeichen:

, A /

(60) Abhängigkeit:

(42) Beginn der Patentdauer:

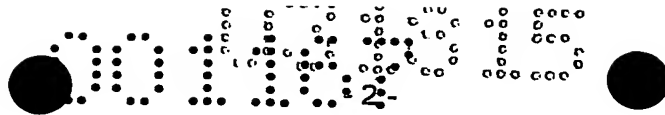
Längste mögliche Dauer:

(45) Ausgabetag:

(56) Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht gezogen wurden:

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sinterstahl, wobei ein Sinterpulver auf Eisenbasis mit einem Nickel, Bor und Eisen enthaltenden Vorlegierungspulver gemischt und die Pulvermischung zu einem Formling gepreßt wird, bevor der Formling unter Bedingungen eines Flüssigphasensinterns mit einem Volumsanteil an flüssiger Phase bis 15% gesintert wird.

Beim Verdichten von Sinterstählen durch Flüssigphasersintern unter Einsatz eines Vorlegierungspulvers aus Nickel und Bor diffundiert das Nickel spätestens nach dem ersten Auftreten von Schmelze in das Eisenpulver, wobei sich Eisen teilweise in der flüssigen Phase löst und vorhandenes Nickelborid in Eisenborid umgewandelt wird, das zumindest bei Temperaturen oberhalb des Eisen-Bor-Eutektikums wiederum mit Eisen unter Bildung einer flüssigen Phase reagiert, so daß die flüssige Phase zunehmend die Körner des Eisenpulvers umgibt. Die Zunahme der flüssigen Phase während der Sinterung bedingt eine Verringerung der Poren und damit eine Verdichtung des Sinterstahls. Da die Menge an flüssiger Phase maßgeblich vom Gehalt an Eisen in der flüssigen Phase bestimmt wird, wurde bereits vorgeschlagen (T. Nishida, T. Yamazaki, S. Chida, M. Yamamiya: Effect of B on the Densification and the Mechanical Properties of Sintered Iron Powder Compacts, J. Japan Inst. Metals, Vol. 54, No. 10 (1990), pp. 1147-1153) ein Vorlegierungspulver aus Eisen, Nickel und Bor einzusetzen, so daß über die Vorlegierung zusätzlich Eisenborid zur Verfügung gestellt wird, was eine Beschleunigung der Reaktionen mit sich bringt, die eine Volumenvergrößerung der flüssigen Phase nach sich ziehen. Es bilden sich netzartige eutektische Strukturen aus, die die Zugfestigkeit des Sinterstahls vergrößern, insbesondere die Schlagzähigkeit jedoch erheblich verschlechtern. Diese Zusammenhänge wurden mit einem Vorle-

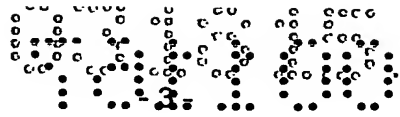


gierungspulver mit 20 Gew.% Eisen, 70 Gew.% Nickel und 10 Gew.% Bor als Legierungsbestandteile untersucht, wobei der Anteil des Vorlegierungspulvers an der Pulvermischung aus Vorlegierungspulver und Eisenpulver 3 bis 7 Gew.% ausmachte. Während das Eisenpulver eine durchschnittliche Teilchengröße von 80 μm aufwies, betrug die durchschnittliche Teilchengröße des Vorlegierungspulvers ungefähr 4 μm , um eine Verbesserung hinsichtlich der Schlagzähigkeit zu erhalten. Abgesehen davon, daß die Herstellung solcher Vorlegierungspulver aufwendig ist, weil die benötigten Vorlegierungen zunächst geschmolzen und verdüst sowie durch Schwingungsanregung zerschlagen werden, bevor durch einen entsprechenden Mahlvorgang eine durchschnittliche Teilchengröße von 4 μm und feiner erhalten wird, bleibt die Schlagzähigkeit der mit Hilfe dieser Vorlegierungspulver hergestellten Sinterstähle unbefriedigend.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sinterstahl der eingangs geschilderten Art so auszugestalten, daß insbesondere die Schlagzähigkeit des Sinterstahls entscheidend gesteigert werden kann.

Die Erfindung löst die gestellte Aufgabe dadurch, daß der Borgehalt der Pulvermischung bei einem Boranteil des Vorlegierungspulvers von weniger als 10 Gew.% zwischen 0,03 und 0,2 Gew.% liegt, daß das Gewichtsverhältnis zwischen dem Nickel- und dem Boranteil der Pulvermischung 5 übersteigt und daß das Vorlegierungspulver eine durchschnittliche Teilchengröße zwischen 10 und 90 μm aufweist.

Durch das Zusammenwirken dieser Maßnahmen kann in überraschender Weise der Aufbau einer durchgehenden eutektischen Netzstruktur unterbunden werden, wie sie für eine weitgehende Verdichtung des Sinterstahls angestrebt wird. Dies bedeutet, daß der Formkörper gute Werte hinsichtlich der Schlagzähigkeit aufweist, und zwar bei entsprechend höheren Zugfestigkeiten aufgrund der größeren Dichte, wenn auch wegen der gegeneinander abgegrenzten Boridbereiche eine gewisse Restporosität in Kauf genommen werden muß.



Obwohl davon ausgegangen werden kann, daß mit größeren Teilchen des Vorlegierungspulvers die Dicke der beim Sintern entstehenden Boridschichten zunimmt und dadurch die Wahrscheinlichkeit eines zusammenhängenden Boridnetzes steigt, können durch eine mittlere Feinheit des Vorlegierungspulvers (durchschnittliche Teilchengröße zwischen 10 und 90 μm) im Vergleich zu feinen Pulvern hinsichtlich der Unterdrückung eines ausgeprägten Boridnetzwerkes Vorteile gewonnen werden, weil diese vorzugsweise durch eine Gasverdüsung erhaltenen größeren Vorlegierungspulver gerundete Kanten aufweisen, weniger zum Agglomerieren neigen und gleichmäßiger mit dem Sinterpulver auf Eisenbasis vermischt werden können. Dieser Umstand führt im Zusammenhang mit der Begrenzung des Borgehaltes an der gesamten Pulvermischung auf 0,03 bis 0,2 Gew.% und der damit verbundenen Verzögerung des Kornwachstums bei einer entsprechenden Wahl der Sintertemperatur zu einer ausreichenden Behinderung des Zusammenwachsens örtlicher Boridbereiche, um die Ausbildung eines zusammenhängenden Boridnetzwerkes vermeiden zu können. Da Nickel die Wirkung des Bors hinsichtlich der Versprödung des Sinterstahls mildert, ist für einen ausreichenden Nickelanteil in der Pulvermischung zu sorgen. Mit einem Verhältnis zwischen dem Nickelanteil und dem Boranteil an der Pulvermischung von wenigstens 5 kann wegen der die Sinterung unterstützenden Wirkung des Nickels ein entsprechend verringerter Borgehalt eingesetzt werden, was für das Vermeiden eines zusammenhängenden Boridnetzwerkes von erheblicher Bedeutung ist.

Bei einem Borgehalt von 0,03 Gew.% an der Pulvermischung kann unter den geforderten Bedingungen bereits ein entsprechender Einfluß auf das Sintern im Hinblick auf eine verbesserte Schlagzähigkeit des Sinterstahls festgestellt werden. Besonders günstige Verhältnisse ergeben sich in diesem Zusammenhang, wenn der Borgehalt der Pulvermischung zwischen 0,10 und 0,15 Gew.% liegt, weil bei diesen Borgehalten die Gefahr eines zusammenhängenden Boridnetzwerkes weitgehend ausgeschlossen werden kann.

Der für die Härtung eines Sinterstahls benötigte Kohlenstoff wird in üblicher Weise als Graphit zugegeben. Der Kohlenstoff beeinträchtigt allerdings die vorteilhafte



Wirkung des Bors auf den Sintervorgang, so daß es sich empfiehlt, den Kohlenstoffgehalt auf einen Wert zwischen 0,15 und 0,8 Gew.% zu beschränken.

Die beschriebenen Wirkungen der erfindungsgemäßen Maßnahmen sind nicht von der Zusammensetzung des Sinterpulvers auf Eisenbasis abhängig, so daß die Zusammensetzung dieses Sinterpulvers den jeweiligen Anforderungen entsprechend gewählt werden kann. Das Vorlegierungspulver ist ebenfalls nicht auf eine ternäre Legierung beschränkt. So kann das Vorlegierungspulver zusätzlich Mangan, Chrom, Kupfer, Molybdän, Vanadium, Titan, Niob, Wolfram, Kohlenstoff, Aluminium und/oder wenigstens ein Element aus der Gruppe der Lanthanoiden enthalten.

In einem Ausführungsbeispiel wurde ein Vorlegierungspulver mit 67 Gew.% Nickel, 30 Gew.% Eisen und 3 Gew.% Bor eingesetzt. Die durchschnittliche Teilchengröße betrug 40 μm . Dieses Vorlegierungspulver wurde mit einem Gewichtsanteil von 4 % mit einem Sinterpulver auf Eisenbasis vermischt, das 0,3 Gew.% Kohlenstoff aufwies. Die Pulvermischung wurde zu einem zylindrischen Formling mit einer Gründichte von 7,160 g/cm^3 verpreßt und anschließend bei einer Temperatur von 1250° C unter einer Wasserstoffatmosphäre gesintert. Nach dem Sintern wurde eine Dichte von 7,314 g/cm^3 gemessen. Die Schlagzähigkeit konnte mit 78,24 J/cm^2 gemessen werden.

Bei einem weiteren Ausführungsbeispiel wurde ein Vorlegierungspulver mit 63 Gew.% Nickel, 30 Gew.% Eisen und 7 Gew.% Bor mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von 60 μm eingesetzt, und zwar in einer Menge von 2 Gew.% an der gesamten Pulvermischung. Das Sinterpulver auf Eisenbasis wies wiederum einen Kohlenstoffgehalt von 0,3 Gew.% auf. Bei einer mit dem vorangegangenen Ausführungsbeispiel übereinstimmenden Behandlung wurden eine Gründichte von 7,068 g/cm^3 und eine Sinterdichte von 7,228 g/cm^3 gemessen. Die Schlagzähigkeit betrug 76,21 J/cm^2 .

Bei den angegebenen Mischungsverhältnissen betrugen der Nickelanteil im Sinterstahl beim ersten Ausführungsbeispiel 2,68 Gew.% und der Anteil des Bors

0,12 Gew.%, was einem Verhältnis von Nickel zu Bor von etwa 22 : 1 entspricht. Beim zweiten Ausführungsbeispiel ergaben sich der Anteil an Nickel mit 1,26 Gew.% und der an Bor mit 0,14 Gew.%. Das Verhältnis von Nickel zu Bor konnte damit mit 9 : 1 angegeben werden.

In der Zeichnung ist die Abhängigkeit der Schlagzähigkeit vom Borgehalt bei einem erfindungsgemäßen Verfahren an Hand zweier Vorlegierungspulver dargestellt.

Die Kurve 1 bezieht sich auf ein Vorlegierungspulver mit 67 Gew.% Nickel, 30 Gew.% Eisen und 3 Gew.% Bor, wobei dieses Vorlegierungspulver in verschiedenen Mengen dem Sinterpulver zugemischt wurde. Nach einem Sintern unter den Bedingungen der Ausführungsbeispiele wurde die Schlagzähigkeit der unterschiedliche Boranteile aufweisenden Formkörper gemessen. Die Kurve 1 zeigt den grundsätzlichen Verlauf der Schlagzähigkeit in Abhängigkeit von den in Gew.% auf der Abszisse aufgetragenen Werten des Borgehaltes. Die Größe der Schlagzähigkeit wird dabei von der Zusammensetzung des Sinterpulvers mitbestimmt, so daß in der Zeichnung nur die grundsätzliche Abhängigkeit der Schlagzähigkeit vom Borgehalt wiedergegeben wurde, nicht aber bestimmte Meßwerte für die Schlagzähigkeit. Es zeigt sich, daß die Schlagzähigkeit im Bereich eines Borgehaltes zwischen 0,13 und 0,15 Gew.% des Sinterstahls ein Maximum erreicht, um dann zu höheren Boranteilen hin stark abzufallen.

Die Kurve 2 spiegelt die Meßwerte wieder, die sich beim Einsatz eines Vorlegierungspulvers mit 63 Gew.% Nickel, 30 Gew.% Eisen und 7 Gew.% Bor entsprechend dem zweiten Ausführungsbeispiel ergeben. Es wurden bei der Ermittlung der Kurven 1 und 2 lediglich die Gewichtsanteile des Vorlegierungspulvers an der Pulvermischung geändert, die übrigen Parameter aber unverändert belassen. Es zeigt sich aus den beiden Kurven 1 und 2, daß sich für das Vorlegierungspulver mit dem höheren Nickel- und dem geringen Boranteil in einem weiten Bereich günstigere Bedingungen hinsichtlich der Schlagzähigkeit der Formkörper ergeben. Aus den beiden Kurven läßt sich auch ablesen, daß bei einem Borgehalt größer als 0,2 Gew.% die Schlagzähigkeit rasch abnimmt und daher lediglich ein Borgehalt bis 0,2 Gew.% eine entsprechend hohe Schlagzähigkeit mit sich bringt.

Stiborn

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sinterstahl, wobei ein Sinterpulver auf Eisenbasis mit einem Nickel, Bor und Eisen enthaltenden Vorlegierungspulver gemischt und die Pulvermischung zu einem Formling gepreßt wird, bevor der Formling unter Bedingungen eines Flüssigphasensinterns mit einem Volumsanteil an flüssiger Phase bis 15% gesintert wird, dadurch gekennzeichnet, daß der Borgehalt der Pulvermischung bei einem Boranteil des Vorlegierungspulvers von weniger als 10 Gew.% zwischen 0,03 und 0,2 Gew.% liegt, daß das Gewichtsverhältnis zwischen dem Nickel- und dem Boranteil der Pulvermischung 5 übersteigt und daß das Vorlegierungspulver eine durchschnittliche Teilchengröße zwischen 10 und 90 µm aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Borgehalt der Pulvermischung zwischen 0,10 und 0,15 Gew.% liegt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Pulvermischung einen Kohlenstoffgehalt zwischen 0,15 und 0,8 Gew.% aufweist.

Linz, am 30. September 2002

Miba Sintermetall Aktiengesellschaft
durch:

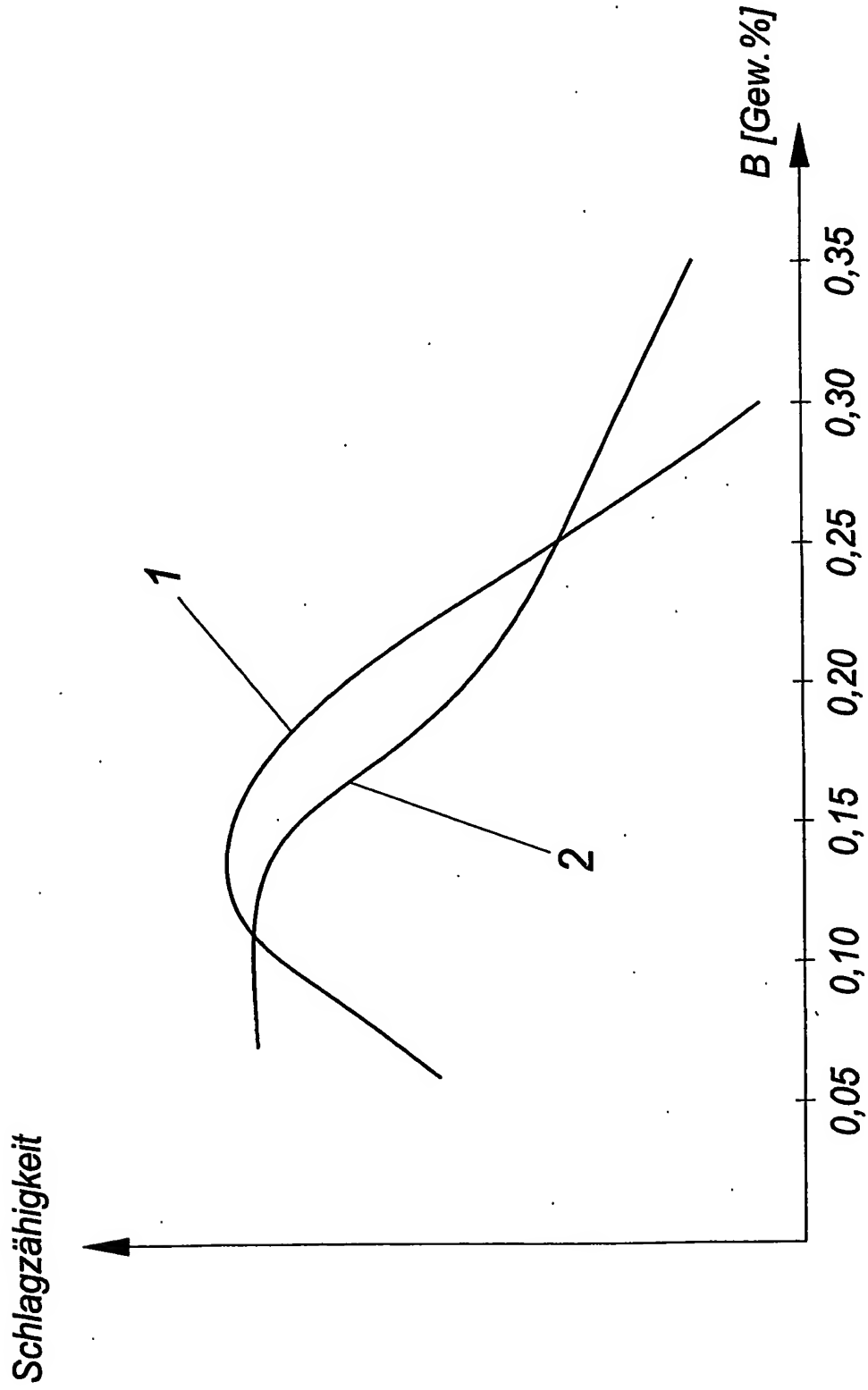


Patentanwälte
Dipl.-Ing. Gerhard Hübscher
Dipl.-Ing. Helmut Hübscher
Spittelwiese 7, A-4020 Linz

(31 357)

Z u s a m m e n f a s s u n g :

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Herstellen eines Formkörpers aus Sinterstahl, wobei ein Sinterpulver auf Eisenbasis mit einem Nickel, Bor und Eisen enthaltenden Vorlegierungspulver gemischt und die Pulvermischung zu einem Formling gepreßt wird, bevor der Formling unter Bedingungen eines Flüssigphasensinterns mit einem Volumsanteil an flüssiger Phase bis 15% gesintert wird. Um die Schlagzähigkeit zu verbessern, wird vorgeschlagen, daß der Borgehalt der Pulvermischung bei einem Boranteil des Vorlegierungspulvers von weniger als 10 Gew.% zwischen 0,03 und 0,2 Gew.% liegt, daß das Gewichtsverhältnis zwischen dem Nickel- und dem Boranteil der Pulvermischung 5 übersteigt und daß das Vorlegierungspulver eine durchschnittliche Teilchengröße zwischen 10 und 90 μm aufweist.



7at100

PCT Application
AT0300292



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
 - ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
 - ☐ FADED TEXT OR DRAWING
 - ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
 - ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
 - ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
 - ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
 - ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
-
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
 - ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.